

10/505282
Rec'd PCT/PTO 20 AUG 2004

PCT/JP03/13846

29.10.03

日本国特許庁
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日
Date of Application: 2002年11月 7日

出願番号
Application Number: 特願2002-323275

[ST. 10/C]: [JP2002-323275]

出願人
Applicant(s): HOYA株式会社

RECEIVED

19 DEC 2003

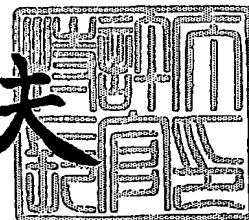
WIPO

PRIORITY DOCUMENT
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH
RULE 17.1(a) OR (b)

2003年12月 8日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

今井康夫



Best Available Copy

出証番号 出証特2003-3101169

【書類名】 特許願

【整理番号】 NP-1858

【提出日】 平成14年11月 7日

【あて先】 特許庁長官 殿

【国際特許分類】 G11B 5/00

【発明の名称】 情報記録媒体用基板ならびに情報記録媒体およびその製造方法

【請求項の数】 9

【発明者】

【住所又は居所】 東京都新宿区中落合 2 丁目 7 番 5 号 ホーヤ株式会社内

【氏名】 池西 幹男

【発明者】

【住所又は居所】 東京都新宿区中落合 2 丁目 7 番 5 号 ホーヤ株式会社内

【氏名】 鄒 学禄

【特許出願人】

【識別番号】 000113263

【氏名又は名称】 ホーヤ株式会社

【代表者】 鈴木 洋

【代理人】

【識別番号】 100080850

【弁理士】

【氏名又は名称】 中村 静男

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 006976

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9717248

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 情報記録媒体用基板ならびに情報記録媒体およびその製造方法

【特許請求の範囲】

【請求項1】 ガラス転移温度 (T_g) が 620°C 以上であり、かつ温度 45°C に保持された濃度 1.72 重量%のケイフッ酸水溶液に対するエッチング速度が $0.1\mu\text{m}/\text{分}$ 以下のガラスからなることを特徴とする情報記録媒体用基板。

【請求項2】 必須成分として SiO_2 、 Al_2O_3 、 CaO および K_2O を含むガラスからなる請求項1に記載の情報記録媒体用基板。

【請求項3】 モル%表示で、 SiO_2 $45\sim 70\%$ 、 Al_2O_3 $1\sim 15\%$ (ただし、 SiO_2 と Al_2O_3 の合計量が $57\sim 85\%$)、 CaO $2\sim 25\%$ 、 BaO $0\sim 15\%$ 、 MgO $0\sim 15\%$ 、 SrO $0\sim 15\%$ 、 ZnO $0\sim 10\%$ (ただし、 MgO 、 CaO 、 SrO 、 BaO および ZnO の合計量が $2\sim 30\%$)、 K_2O $2\sim 15\%$ 、 Li_2O $0\sim 8\%$ 、 Na_2O $0\sim 8\%$ (ただし、 K_2O 、 Li_2O および Na_2O の合計量が $2\sim 15\%$)、 ZrO_2 $0\sim 12\%$ および TiO_2 $0\sim 10\%$ を含み、かつ上記成分の合計含有量が 95% 以上の組成を有するガラスからなる請求項2に記載の情報記録媒体用基板。

【請求項4】 必須成分として SiO_2 、 Al_2O_3 、 CaO 、 Na_2O および K_2O を含み、化学強化層を有するガラスからなる請求項1に記載の情報記録媒体用基板。

【請求項5】 モル%表示で、 SiO_2 $47\sim 70\%$ 、 Al_2O_3 $1\sim 10\%$ (ただし、 SiO_2 と Al_2O_3 の合計量が $57\sim 80\%$)、 CaO $2\sim 25\%$ 、 BaO $1\sim 15\%$ 、 Na_2O $1\sim 8\%$ 、 K_2O $2\sim 15\%$ 、 Li_2O $0\sim 3\%$ (ただし、 Na_2O と K_2O と Li_2O の合計量が $3\sim 16\%$)、 ZrO_2 $1\sim 12\%$ 、 MgO $0\sim 10\%$ 、 SrO $0\sim 15\%$ 、 ZnO $0\sim 10\%$ (ただし、 MgO 、 CaO 、 SrO 、 BaO および ZnO の合計量が $3\sim 30\%$)、 TiO_2 $0\sim 10\%$ を含み、かつ上記成分の合計含有量が 95% 以上の組成を有するガラスからなる請求項4に記載の情報記録媒体用基板。

【請求項 6】 垂直磁気記録方式の情報記録媒体用である請求項 1 ないし 5 のいずれか 1 項に記載の情報記録媒体用基板。

【請求項 7】 請求項 1 ないし 6 のいずれか 1 項に記載の情報記録媒体用基板上に、情報記録層を有することを特徴とする情報記録媒体。

【請求項 8】 垂直方式の磁気記録媒体である請求項 7 に記載の情報記録媒体。

【請求項 9】 情報記録媒体用基板上に、情報記録層を形成させる工程を有し、前記基板に請求項 1 ないし 6 のいずれか 1 項に記載の情報記録媒体用基板を用い、かつ前記工程中に前記基板を 4 0 0 ~ 6 0 0 ℃ の温度に加熱する操作を含むことを特徴とする情報記録媒体の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0 0 0 1】

【発明の属する技術分野】

本発明は、情報記録媒体用基板ならびに情報記録媒体およびその製造方法に関する。さらに詳しくは、本発明は、高耐熱性および高耐酸性などを備えた情報記録媒体用基板および該基板を用いた情報記録媒体、特に高温スパッタリング装置による垂直磁気記録方式用磁性膜の作製に好適な磁気記録媒体用基板および磁気記録媒体、並びに情報記録媒体の製造方法に関するものである。

【0 0 0 2】

【従来の技術】

従来、磁気記録媒体用基板材料としては、アルミニウム、ガラス、セラミックスなどが用いられてきた。現在、サイズや用途に応じて主にアルミニウムとガラスが実用化されている。その中でガラス基板は、表面欠陥が少なく、平滑性や表面硬度が優れているため、その使用範囲が年々拡大してきている。磁気記録媒体用基板として用いられるガラスとしては、イオン交換による化学強化ガラス、結晶化ガラスなどが知られている。化学強化ガラスとしては、例えば、重量％表示で、 SiO_2 : 50 ~ 85 %、 Al_2O_3 : 0.5 ~ 14 %、 R_2O (ただし R はアルカリ金属イオン) : 10 ~ 32 %、 ZnO : 1 ~ 15 %、 B_2O_3 : 1.1 ~ 14 % を含むガラスをアルカリイオンによるイオン交換法によってガラス基

板の表面に圧縮応力層を形成してなる、化学強化された磁気ディスク用ガラス基板が開示されている（例えば、特許文献1参照）。

【0003】

また、結晶化ガラスとしては、例えば重量%表示で、 SiO_2 : 65~83%、 Li_2O : 8~13%、 K_2O : 0~7%、 MgO : 0.5~5%、 ZnO : 0~5%、 PbO : 0~5%、ただし、 $\text{MgO} + \text{ZnO} + \text{PbO}$: 0.5~5%、 P_2O_5 : 1~4%、 Al_2O_3 : 0~7%、 $\text{As}_2\text{O}_3 + \text{Sb}_2\text{O}_3$: 0~2%を含み、主結晶として微細な $\text{Li}_2\text{O} \cdot 2\text{SiO}_2$ 結晶粒子を含む磁気ディスク用結晶化ガラス基板が開示されている（例えば、特許文献2参照）。

【0004】

しかしながら、近年ハードディスクに代表される磁気ディスクなどの情報記録装置には記録の高密度化の進展にともなって、長手磁気記録方式から垂直磁気記録方式への変換が求められている。長手磁気記録方式では、室温程度の熱によって磁区が容易に回転するため、記録密度が高くなると、書き込みができなくなり、書き込んだ情報が容易に失われることが指摘されている。このような現象は熱揺らぎの問題として知られ、長手磁気記録方式の障害になりつつある。そこで、長手磁気記録方式による熱揺らぎの問題に対処するため、垂直磁気記録方式が実用化に向けて近年活発に検討されている。

【0005】

この垂直磁気記録方式の膜構成としては、非磁性基板上に垂直磁気記録層を形成した単層膜、軟磁性層と磁気記録層を順次に積層した二層膜、並びに硬磁性層、軟磁性層および磁気記録層を順次に積層した三層膜などが知られている。その中で二層膜と三層膜は、単層膜よりも高記録密度化および磁気モーメントの安定維持に適しているので、実用化に向けた開発が近年盛んに行われている。そして、このような多層磁性膜垂直磁気記録媒体の特性を向上させるため、高温スパッタリング装置での成膜や成膜後の高温熱処理が必要とされている。

【0006】

しかし、これまで一般的に使用されてきたアルミニウム基板は、耐熱性が280℃以下と低い。また、従来の化学強化ガラス基板は通常の化学強化温度（35

0～420℃) 範囲あるいはそれより高い温度で使用されると化学強化のためのイオン交換による表面応力が緩和され基板強度が急低下するので、通常化学強化ガラスは350℃以下の温度での使用が強要されている。しかしながら、垂直磁気記録方式においては、磁性膜の磁気特性を高めるため、400℃以上の高温スパッタリング装置での成膜あるいは積層した磁性膜を400℃以上の高温でアニール処理することが求められている。したがって、このような高温では、現在市販されているアルミニウム基板や従来の化学強化ガラス基板は、いずれも対応できないことは明らかであり、耐熱性の高いガラス基板が求められている。

【0007】

優れた耐熱性を得るために、これまで化学強化用ガラスでは必須成分であったアルカリ金属酸化物を用いないガラス材料も考えられるが、この場合、溶解時の粘性が上昇して溶解性が低下するという問題が生じる。また、磁気ディスクをドライブ装置に組込む際、ディスクを固定するための金属固定具との熱膨張特性を合わせるために、ガラス基板の熱膨張係数を大きくする必要があるが、アルカリ金属酸化物を含まないガラスでは熱膨張係数を情報記録媒体用基板に求められる範囲にすることが難しい。

【0008】

情報記録媒体の高記録密度化には、上記垂直磁気記録方式の採用だけでなく、ドライブ装置の動作時にいかに読取／書込みヘッドを媒体表面に近接することができるかが問題となる。上記ヘッドと媒体表面の距離はフライングハイトと呼ばれるが、フライングハイトを小さくするには、いかに情報記録媒体のベースとなる情報記録媒体用基板の表面平滑性を高くするとともに、基板表面への付着物を低減できるかにかかっている。

【0009】

ガラス製の情報記録媒体用基板は、研削、研磨加工により平坦で、表面が平滑な基板に加工されるが、加工後の基板表面には加工の際に使用した砥粒や削り取られた微小なガラスなどが付着している。そこで、加工後の基板を酸に浸漬して洗浄することにより、表面の汚れと基板表面の極めて薄い層をエッチングにより除去する洗浄を行う。

【0 0 1 0】

しかし、洗浄に使用する酸に耐性が低いガラスでは、酸によって基板表面が荒され表面清浄性を得た代償に、研磨加工によって得られた高い表面平滑性が損なわれるのを免れない。

【0 0 1 1】

つまり、情報記録媒体の高記録密度化には、酸洗浄によって基板表面を清浄な状態にできるとともに、前記洗浄によって平滑な表面が荒れることなく、しかも高温熱処理を行っても変形しないガラス材料が求められる。

【0 0 1 2】

【特許文献 1】

特開平 1 - 2 3 9 0 3 6 号公報

【特許文献 2】

米国特許第 5 3 9 1 6 2 2 号明細書

【0 0 1 3】

【発明が解決しようとする課題】

本発明は、このような事情のもとで、前記の要求特性を満たす高耐熱性および高耐酸性などを備えた情報記録媒体用基板および該基板を用いた情報記録媒体、特に高温スパッタリング装置による垂直磁気記録方式用磁性膜の作製に好適な磁気記録媒体用基板および磁気記録媒体を提供することを目的とするものである。

【0 0 1 4】

【課題を解決するための手段】

本発明者らは、前記目的を達成するために鋭意研究を重ねた結果、ある温度以上のガラス転移温度 (T_g) を有すると共に、特定条件の酸中に浸漬した際、エッチング速度が所定値以下であるガラスからなる情報記録媒体用基板により、その目的を達成し得ることを見出し、この知見に基づいて本発明を完成するに至った。

【0 0 1 5】

すなわち、本発明は、

(1) ガラス転移温度 (T_g) が 620°C 以上であり、かつ温度 45°C に保持さ

れた濃度1.72重量%のケイフッ酸水溶液に対するエッチング速度が $0.1\mu\text{m}/\text{分}$ 以下のガラスからなることを特徴とする情報記録媒体用基板、

(2) 必須成分として SiO_2 、 Al_2O_3 、 CaO および K_2O を含むガラスからなる上記(1)項に記載の情報記録媒体用基板、

(3) モル%表示で、 SiO_2 45~70%、 Al_2O_3 1~15% (ただし、 SiO_2 と Al_2O_3 の合計量が57~85%)、 CaO 2~25%、 BaO 0~15%、 MgO 0~15%、 SrO 0~15%、 ZnO 0~10% (ただし、 MgO 、 CaO 、 SrO 、 BaO および ZnO の合計量が2~30%)、 K_2O 2~15%、 Li_2O 0~8%、 Na_2O 0~8% (ただし、 K_2O 、 Li_2O および Na_2O の合計量が2~15%)、 ZrO_2 0~12%および TiO_2 0~10%を含み、かつ上記成分の合計含有量が95%以上の組成を有するガラスからなる上記(2)項に記載の情報記録媒体用基板、

(4) 必須成分として SiO_2 、 Al_2O_3 、 CaO 、 Na_2O および K_2O を含み、化学強化層を有するガラスからなる上記(1)項に記載の情報記録媒体用基板、

(5) モル%表示で、 SiO_2 47~70%、 Al_2O_3 1~10% (ただし、 SiO_2 と Al_2O_3 の合計量が57~80%)、 CaO 2~25%、 BaO 1~15%、 Na_2O 1~8%、 K_2O 2~15%、 Li_2O 0~3% (ただし、 Na_2O と K_2O と Li_2O の合計量が3~16%)、 ZrO_2 1~12%、 MgO 0~10%、 SrO 0~15%、 ZnO 0~10% (ただし、 MgO 、 CaO 、 SrO 、 BaO および ZnO の合計量が3~30%)、 TiO_2 0~10%を含み、かつ上記成分の合計含有量が95%以上の組成を有するガラスからなる上記(4)項に記載の情報記録媒体用基板、

(6) 垂直磁気記録方式の情報記録媒体用である上記(1)ないし(5)項のいずれか1項に記載の情報記録媒体用基板、

(7) 上記(1)ないし(6)項のいずれか1項に記載の情報記録媒体用基板上に、情報記録層を有することを特徴とする情報記録媒体、

(8) 垂直方式の磁気記録媒体である上記(7)項に記載の情報記録媒体、および

(9) 情報記録媒体用基板上に、情報記録層を形成させる工程を有し、前記基板に上記(1)ないし(6)項のいずれか1項に記載の情報記録媒体用基板を用い、かつ前記工程中に前記基板を400～600℃の温度に加熱する操作を含むことを特徴とする情報記録媒体の製造方法、
を提供するものである。

【0016】

【発明の実施の形態】

本発明の情報記録媒体用基板は、400～600℃の温度範囲での高温成膜に適し、400～600℃温度範囲での高温熱処理を行っても変形せず、かつ耐酸性に優れた非晶質性ガラスからなる基板である。

【0017】

上記高温熱処理を行っても基板が変形しないために、ガラス転移温度(T_g)が620℃以上、好ましくは650℃以上、より好ましくは680℃以上、さらに好ましくは700℃以上のガラスによって基板を構成する。該ガラスの転移温度の上限については特に制限はないが、通常900℃程度である。

【0018】

なお、本発明の情報記録媒体用基板には、化学強化されたものと、化学強化されずに化学強化層のないものがある。化学強化された基板については、ガラス転移温度が高いと、化学強化をより高温で行わなければならない。化学強化時の温度が高いと強化に使用する溶融塩の分解が始まり、分解生成物によって基板表面が荒されるおそれがある。したがって、化学強化時の温度が過剰に高くないようにするため、化学強化基板では、ガラス転移温度を800℃以下とするのが好ましい。

【0019】

本発明の情報記録媒体用基板は、温度45℃に保持された濃度1.72重量%のケイフッ酸水溶液に対するエッチング速度が0.1μm/分以下の耐酸性を示すガラスからなるものである。なお、上記ケイフッ酸水溶液の濃度は、基板を構成するガラス材料の耐酸性を評価するのに適した濃度であって、実際に洗浄に用いる酸の濃度ではない。上記エッチング速度が0.1μm/分以下であることに

より、酸を用いた洗浄によって表面の付着物を効果的に除去できるとともに、基板表面の平滑性を良好な状態に保つことができる。上記エッチング速度が $0.1 \mu\text{m}/\text{分}$ よりも大きくなると、酸洗浄によって基板表面が白く曇り、基板表面の清浄性ならびに平滑性が損なわれる。

【0020】

上記エッチング速度としてより好ましい範囲は $0.08 \mu\text{m}/\text{分}$ 以下であり、さらに好ましい範囲は $0.06 \mu\text{m}/\text{分}$ 以下である。また、基板表面の極く薄い層を酸洗浄により均一に除去するという観点からは、上記エッチング速度は $0.001 \mu\text{m}/\text{分}$ 以上であることがさらに好ましい。なお、エッチング速度の評価は、情報記録媒体用基板の情報記録層を形成することになる面、又は前記面と同等の研磨が施された清浄な面に対して行うことが好ましい。

【0021】

なお、基板の酸洗浄にはケイフッ酸水溶液を使用することが高い表面平滑性を維持しつつ、良好な洗浄を行う上で好ましいが、フッ酸などの他の酸を用いて洗浄を行ってもよい。つまり、ケイフッ酸水溶液に対するエッチング速度による耐酸性の指標は、他の酸による洗浄を良好に行う上の指標ともなる。

【0022】

化学強化を行うガラス基板の場合、上記エッチング速度が化学強化前後で同じ値を示すものが好ましい。化学強化基板では、イオン交換により深さ方向にアルカリ金属イオンの濃度分布が形成されている。化学強化前後で上記エッチング速度の差が少ないガラスの場合、上記濃度分布が存在しても一定のエッチング速度が得られると考えられる。したがって、化学強化層が存在する基板でも酸洗浄の条件が設定しやすくなるとともに、エッチング速度のバラツキによる表面平滑性の低下も抑えることができる。なお、上記エッチング速度の変化（化学強化前後のエッチング速度の差を化学強化前のエッチング速度で割った値の絶対値）が $0 \sim 0.1$ の範囲であることが好ましく、 $0 \sim 0.05$ であることがより好ましい。

【0023】

次に本発明の情報記録媒体用基板を構成するガラスの組成について説明する。

ガラス組成は、上記特性が得られるものであればよいが、ケイフッ酸水溶液に対する耐酸性を考慮すると SiO_2 を含むものが好ましく、ガラス成分中、 SiO_2 の含有量が最も多いものがより好ましい。

【0024】

また、必須成分として SiO_2 、 Al_2O_3 、 CaO および K_2O を含むガラス（以下、ガラスIという。）が好ましい。このような組成によれば高耐熱性、高膨張特性、高ガラス安定性を兼ね備えた情報記録媒体用基板を得ることができる。ここで、 SiO_2 、 Al_2O_3 はガラス転移温度の上昇に寄与し、 CaO はガラスの安定性に寄与し、 K_2O はガラスの溶解性に寄与するとともに、アルカリ金属酸化物としてはガラス転移温度を低下させる作用が低く、熱膨張係数を情報記録媒体用基板に好適な範囲に設定するために必要な成分である。

【0025】

上記組成の好ましい範囲は、モル％表示で（以下、特記のない限りガラスの各成分の含有量はモル％表示とする。）、 SiO_2 45～70％、 Al_2O_3 1～15％（ただし、 SiO_2 と Al_2O_3 の合計量が57～85％）、 CaO 2～25％、 BaO 0～15％、 MgO 0～15％、 SrO 0～15％、 ZnO 0～10％（ただし、 MgO 、 CaO 、 SrO 、 BaO および ZnO の合計量が2～30％）、 K_2O 2～15％、 Li_2O 0～8％、 Na_2O 0～8％（ただし、 K_2O 、 Li_2O および Na_2O の合計量が2～15％）、 ZrO_2 0～12％および TiO_2 0～10％であり、かつ上記成分の合計含有量が95％以上となる範囲である。

【0026】

以下、各成分の役割ならびに上記組成範囲について詳しく説明する。

SiO_2 はガラスの網目構造を形成する主成分であり、その含有量が45％未満では、ガラスの耐久性が悪化してガラスが失透しやすくなる。一方、70％を超えると、ガラスのヤング率が小さくなる上、高温粘性が高くなるためにガラスが溶けにくくなる。したがって、 SiO_2 の含有量は45～70％の範囲にすることが好ましい。特に50～67％の範囲がより好ましい。

【0027】

Al_2O_3 はガラスの耐久性や耐熱性の向上に大きく寄与する成分としても、また SiO_2 とともにガラス構造の安定化およびその剛性度を高める成分としても非常に重要である。しかし、その含有量が 1 % 未満ではガラスからのアルカリの溶出を抑える効果が減少する傾向となり、耐久性のよいガラスを作りにくくなるのに対し、15 % を超えて導入すると、ガラスの高温溶融性が悪化する傾向となるので、その含有量を 1 ~ 15 % にすることが好ましい。より好ましくは 2 ~ 12 % の範囲である。

【0028】

前記 SiO_2 と Al_2O_3 の合計含有量は 57 ~ 85 % の範囲が好ましい。この合計含有量が 57 % 未満ではガラスの耐久性が不十分となるおそれがある。より好ましい合計含有量は 57 ~ 79 % の範囲である。

【0029】

MgO 、 CaO 、 ZnO 、 SrO 、および BaO はガラス溶解時の粘性を下げ、溶解を促進すると共にヤング率の上昇、熱膨張係数の増加に効果大きい。しかしその合計含有量が 30 % を超えると、ガラスの耐久性が悪化する傾向となり、失透温度も高くなる傾向がある。

【0030】

CaO はヤング率や熱膨張の向上、溶解粘性の低粘性化に効果が大きく重要な成分である。しかし、 CaO の導入量が 2 % 未満ではその効果が薄く、25 % を超えて導入すると、安定性が悪化する傾向になるため 2 ~ 25 % の範囲が好ましい。より好ましくは 3 ~ 20 % の範囲である。

【0031】

BaO は熱膨張の向上に寄与し、耐久性の向上にも効果があるが、過剰の導入では逆に耐久性が悪化する傾向がある。また BaO の導入により比重の上昇が大きいため 0 ~ 15 % の範囲が好ましい。より好ましくは 0 ~ 14 % である。

【0032】

その他の MgO 、 ZnO 、 SrO は合計量が好ましい範囲を超えない範囲で添加することでガラス構造の安定化、ヤング率、熱膨張の上昇に効果が期待できる。 MgO 、 ZnO 、 SrO はこれらの一つを大量に導入するよりも、少量ずつ多

種類の 2 価成分を導入することでより効果が大きくなるため、MgO を 0 ～ 1 5 %、SrO を 0 ～ 1 5 %、ZnO を 0 ～ 1 0 % の範囲にするのが好ましい。より好ましくは、MgO が 0 ～ 1 0 %、SrO が 0 ～ 1 0 %、ZnO が 0 ～ 8 % である。

【 0 0 3 3 】

MgO、CaO、SrO、BaO および ZnO の合計含有量は、前記の理由により、2 ～ 3 0 % の範囲が好ましく、より好ましくは 3 ～ 3 0 %、さらに好ましくは 3 ～ 2 5 % の範囲である。

【 0 0 3 4 】

Li₂O、Na₂O、K₂O はガラス溶解時の粘性を下げ、溶解を促進するとともに、熱膨張を大きく上昇させる有用な成分である。しかし、その導入量が合計で 1 5 % を超えて多くなると、化学的耐久性が悪化するだけでなく、アルカリがガラス表面に多く析出するようになるため、磁性膜などの情報記録層を侵蝕してしまうおそれがある。またガラス転移温度が低下し必要な耐熱性が得られなくなる場合がある。一方、その導入量が合計で 2 % より少なくなると、ガラスの溶解性が低下したり、所定の熱膨張特性を得にくくなる。

【 0 0 3 5 】

Li₂O は熱膨張の上昇とヤング率の上昇に効果が大いだが、ガラス表面への析出の度合いが大きいため 0 ～ 8 % とするのが好ましい。より好ましくは 0 ～ 5 % である。

【 0 0 3 6 】

Na₂O は熱膨張の上昇に効果が大いだが K₂O ほどではない。またガラス表面への析出の度合いも大きいため 0 ～ 8 % が好ましい。より好ましくは 0 ～ 5 % である。

【 0 0 3 7 】

K₂O は熱膨張係数の上昇に効果が大きく、ガラス表面への析出の度合いも小さいため重要な成分である。つまり、所望の熱膨張特性並びにガラス溶解性を付与しつつ、アルカリ溶出量を低レベルに抑える上から重要な成分である。しかし、大量の導入はガラスの耐久性を低下させ、ガラス転移温度の低下による耐熱性の

悪化を引き起こすので 2 ～ 1 5 % の範囲にするのが好ましい。より好ましくは 4 ～ 1 2 % である。

【 0 0 3 8 】

K_2O 、 Li_2O および Na_2O の合計含有量は、前記の理由により、2 ～ 1 5 % の範囲が好ましく、より好ましくは 4 ～ 1 2 % の範囲である。 ZrO_2 、 TiO_2 はガラスの化学的耐久性を向上させ、剛性度を高めるために導入される成分である。少量の ZrO_2 および TiO_2 をガラスに添加すると、ガラスの耐久性も弾性率も脆さも改善されるが、比重が急増するし、より多く導入するとガラスの失透傾向が強くなる。

【 0 0 3 9 】

ZrO_2 はその導入によりヤング率を上昇させる成分であるが、比重も大きくなるため、0 ～ 1 2 % とするのが好ましく、0 ～ 1 0 % とするのがより好ましい。

TiO_2 はヤング率の上昇効果は ZrO_2 より劣るが、比重の上昇はあまり大きくないため、0 ～ 1 0 % とするのが好ましく、0 ～ 8 % とするのがより好ましい。

【 0 0 4 0 】

本発明のガラス基板においては、希土類元素は任意成分として導入することができる。希土類元素はガラス基板の耐熱性、耐久性、弾性率を高める働きをするが、高価な原料でもある。希土類元素の有無によって、本発明のガラス基板をさらに 2 つの態様に分けることができる。

【 0 0 4 1 】

一方の態様は、高耐熱性、高熱膨張特性、低アルカリ溶出特性を満足しつつ、低コストのガラス基板を提供可能な希土類元素を含有しないガラス基板であり、他方の態様は、高熱膨張特性、低アルカリ溶出特性を満足しつつ、より高い耐熱性、ヤング率、耐久性を付与可能な希土類元素を含有するガラス基板である。この態様においては導入する希土類元素は酸化物に換算して 8 % 以下とすることが好ましく、より好ましくは 5 % 以下である。

【 0 0 4 2 】

上記希土類元素としては、Y、La、Gd、Yb、Pr、Sc、Sm、Tb、Dy、Nd、Eu、Ho、Er、Tm、Luを例示することができ、それら酸化物としては、 Y_2O_3 、 La_2O_3 、 Gd_2O_3 、 Yb_2O_3 、 Pr_2O_3 、 Sc_2O_3 、 Sm_2O_3 、 Tb_2O_3 、 Dy_2O_3 、 Nd_2O_3 、 Eu_2O_3 、 Ho_2O_3 、 Er_2O_3 、 Tm_2O_3 、 Lu_2O_3 を例示することができる。

【0043】

この希土類元素の酸化物としては、 Y_2O_3 が好ましく用いられる。該 Y_2O_3 を用いる場合、比重の上昇もあまり大きくなく、ヤング率の上昇効果も大きい。が、ガラスの安定性の低下が著しいため、8%以下にするのが好ましく、5%以下とすることがより好ましい。

【0044】

本発明のガラス基板は上記成分以外に、ガラスの溶解性、清澄性、成形性などを改善するため、 As_2O_3 、 Sb_2O_3 、フッ化物、塩化物、 SO_3 を導入することができる。その導入量は、脱泡剤として用いられる適量の範囲であればよいが、外割の合計量で2%以下の割合を目安とする。 Sb_2O_3 の脱泡効果は、 As_2O_3 とともに上記他の脱泡剤よりも優れている。情報記録媒体用基板を構成するガラスでは、十分な脱泡が行われていないとガラス中に微小な気泡が残ってしまう。このようなガラスの表面を研削、研磨するとガラス中に残存している気泡が表面に現れて、研磨面に窪みが生じることになる。情報記録媒体用基板の表面には極めて高い平滑性が求められており、このような気泡が残存するものは不良品になってしまう。そのため、 Sb_2O_3 または As_2O_3 を外割合計量で0.1～2重量%含むものが望ましいが、環境への影響に配慮すると、 As_2O_3 等のヒ素化合物を用いないことが望ましい。したがって、この中で Sb_2O_3 のみを導入することがより好ましい。その量は外割で0.1～2重量%が好ましく、0.1～1重量%がより好ましい。

【0045】

なお、 As_2O_3 や Sb_2O_3 を含むガラスは、ガラス中の As_2O_3 や Sb_2O_3 が錫などの熔融金属と反応しやすいため、フロート成形には適さない。したがって、情報記録媒体用基板はフロート成形法ではなく、プレス成形法を用い

て作製することが望ましい。

【0046】

上記好ましい組成範囲において各成分のより好ましい範囲を任意に組合せてさらに好ましい組成範囲を選択することが可能であるが、中でも特に好ましい組成範囲は、 SiO_2 50～67%、 Al_2O_3 2～12%（ただし、 SiO_2 と Al_2O_3 の合計量が57～79%）、 CaO 3～20%、 BaO 0～14%、 MgO 0～10%、 SrO 0～10%、 ZnO 0～8%（ただし、 MgO 、 CaO 、 SrO 、 BaO および ZnO の合計量が3～30%）、 Li_2O 0～5%、 Na_2O 0～5%、 K_2O 4～12%（ただし、 K_2O 、 Li_2O および Na_2O の合計量が4～12%）、 ZrO_2 0～10%および TiO_2 0～8%である。

【0047】

なお、希土類元素を含まない態様においては、 SiO_2 、 Al_2O_3 、 CaO 、 BaO 、 MgO 、 SrO 、 ZnO 、 Li_2O 、 Na_2O 、 K_2O 、 ZrO_2 、 TiO_2 の合計含有量を100%とすることが好ましい。また、この組成に上記胞泡剤を添加してもよい。さらに、アルカリ溶出量を抑えつつ、優れた溶解性、耐熱性を得る上から、アルカリ金属酸化物を K_2O のみに限定することが望ましい。また、上記特性を得る上で K_2O と BaO を共存させることも望ましい。組成としては、 SiO_2 、 Al_2O_3 、 CaO 、 BaO 、 MgO 、 K_2O 、 ZrO_2 の合計含有量が98%以上のものが好ましく、99%以上のものがさらに好ましく、特に100%のものが好ましい。なお、この組成に上記胞泡剤を添加してもよい。

【0048】

希土類元素を含む態様においては、 SiO_2 、 Al_2O_3 、 CaO 、 BaO 、 MgO 、 SrO 、 ZnO 、 Li_2O 、 Na_2O 、 K_2O 、 ZrO_2 、 TiO_2 、 B_2O_3 、希土類元素酸化物の合計含有量を100%とすることが好ましい。中でも希土類元素酸化物の合計含有量を5%以下に抑えることが好ましい。このガラスにも胞泡剤として、 As_2O_3 、 Sb_2O_3 、フッ化物、塩化物、 SO_3 を適量添加することができるが、その合計含有量は外割で2重量%以下を目安にす

ることが好ましく、1%以下にすることがさらに好ましい。なお、環境への配慮から、 As_2O_3 などのヒ素化合物を使用しないことが望ましい。最も望ましい脱泡剤は Sb_2O_3 であり、その導入量は外割で0.1~2重量%が好ましく、0.1~1重量%がより好ましい。

【0049】

上記ガラスIにおいては、 TiO_2 を含まないものが特に好ましい。 TiO_2 を含むガラス基板を水に浸漬すると、基板表面に TiO_2 に起因すると考えられる微小な突起が発生し、表面平滑性を低下させる要因となる。

【0050】

なお、上記いずれの態様においてもガラスの溶解性は優れており、ガラス中に未溶解物は認められず、また結晶粒子も認められない。

なお、ガラスIは、化学強化層が存在しない情報記録媒体用基板材料としても、表面に化学強化層が存在する情報記録媒体用基板材料としても好適なものであるが、化学強化層が存在しない情報記録媒体用基板材料として特に好適なガラスである。

【0051】

次に、表面に化学強化層が存在する基板について説明する。化学強化層が存在する基板では、基板を構成するガラスは、必須成分として SiO_2 、 Al_2O_3 、 CaO 、 Na_2O および K_2O を含むもの（以下、ガラスIIという。）が好ましい。 SiO_2 、 Al_2O_3 、 CaO 、 K_2O の作用は上記のとおりである。 Na_2O は、 K_2O とともに溶解性向上に寄与し、熱膨張係数を好適な範囲にするための成分である。また、化学強化に必要な成分である。従来、化学強化に使用されている Li_2O は、ガラス転移温度を著しく低下させる成分であるので、使用量を控えるか、または導入しないことが好ましい。そのため、この場合、化学強化時にガラス側のイオン交換の対象となるアルカリ金属イオンはナトリウムイオンとなる。化学強化は、カリウムイオンを含む熔融塩に基板を浸漬し、基板表面付近のナトリウムイオンと熔融塩中のカリウムイオンのイオン交換によって基板表面付近に圧縮応力層を形成することにより実現される。

【0052】

化学強化層が存在する情報記録媒体用基板によれば、化学強化により高強度が付与されるので、基板の破損防止に有効である。さらに、上記基板に高温成膜、高温アニールなどの高温処理を施しても所要の強度を維持することができるとともに、前記高温処理時に急激な温度変化にさらしても基板の強度が高いため、破損しにくく、ハンドリングが容易になるという効果も得ることができる。

【0053】

上記基板としては、中心穴を有するディスク状のガラスをアルカリ金属熔融塩、好ましくはカリウムを含む熔融塩（例えば硝酸カリウム熔融塩）に浸漬し、ガラス中のアルカリ金属イオン（特にガラス表面付近）と熔融塩中のアルカリ金属イオンをイオン交換してガラス表面に圧縮応力層を形成（化学強化）したものを例示できる。

【0054】

表面に化学強化層が存在する情報記録媒体用基板としては、前記基板を構成するガラスの570℃で2時間加熱した後の曲げ強度が147MPa以上であるものが好ましく、167MPa以上であるものがより好ましく、196MPa以上であるものがさらに好ましい。上記範囲において、安定性が高いガラスを容易に得るには、上記曲げ強度を980MPa以下とすればよい。このような基板によれば、化学強化によって形成されたガラス表面付近の圧縮応力層の高温熱処理後の緩和が少ないため、加熱処理後も高い強度を維持し得るガラス製情報記録媒体用基板を提供することができる。なお、上記曲げ強度は、前記基板を構成するガラスからなる40mm×10mm×1mmの薄板状ガラスを測定試料とし、大気中にて570℃で2時間加熱処理したものについて行う。その際、上記測定試料を用いて30mmスパン、加重速度0.5mm/秒の3点曲げ試験を行い、その結果を曲げ強度とする。なお、上記測定試料としては、側面（40mm×1mmの2面と10mm×1mmの2面）が研磨され、主表面（40mm×10mmの2面）も研磨されたものを用いる。上記研磨は、光学研磨であることが好ましい。また、40mm×1mmの2側面に丸め研磨を施す。

【0055】

さらに、表面に化学強化層が存在する情報記録媒体用基板としては、前記化学

強化前の曲げ強度を f_b 、前記化学強化後の基板を構成するガラス温度 T [°C] (但し、 T は 20 ~ 570 °C の任意の温度) に 2 時間保持した後の曲げ強度を f_T としたとき、 $(f_T - f_b) / f_b$ の値が 0.5 以上であるものが好ましく、0.52 以上であることがより好ましい。前記曲げ強度も上記のようにして行う。

【0056】

上記基板では、20 ~ 570 °C の任意の温度で 2 時間加熱するという条件で加速試験を行っても、曲げ強度を化学強化前の曲げ強度よりも十分大きくすることができる。この条件によれば、情報記録層の形成や熱処理、例えば垂直磁気記録方式の情報記録媒体における情報記録層の形成や熱処理を行っても、十分な曲げ強度を有するガラスよりなる情報記録媒体用基板を提供することができる。なお、上記温度 T における 2 時間の加熱は、大気中で行う。

【0057】

また、ガラスとしてより高い安定性を付与するとともにより良好な化学強化を可能にするという観点から、 $(f_T - f_b) / f_b$ の値を 9 以下にすることがより好ましい。 $(f_T - f_b) / f_b$ の値が所定値以上であるという判定は、曲げ強度 f_b と化学強化後に 570 °C に 2 時間保持したガラスの曲げ強度 f_{570} を測定して $(f_{570} - f_b) / f_b$ の値を算出し、この値が前記所定値以上になっていることを確認することによって行ってもよい。また、 $(f_T - f_b) / f_b$ の値が所定値以下であるという判定は、曲げ強度 f_b と化学強化後に 570 °C に 2 時間保持したガラスの曲げ強度 f_{570} を測定して $(f_{570} - f_b) / f_b$ の値を算出し、この値が前記所定値以下になっていることを確認することによって行ってもよい。

【0058】

さらに、20 °C における曲げ強度 f_{20} に対し、 $(f_{20} - f_b) / f_b$ の値が 1 以上であることが好ましく、1.2 以上であることがより好ましい。また、ガラスとしてより高い安定性を付与するとともにより良好な化学強化を可能にするという観点から、 $(f_{20} - f_b) / f_b$ の値を 9 以下にすることがより好ましい。

【0059】

次に、ガラスIIにおけるガラス組成について説明する。

ガラスIIでは、ガラス中のNaイオンと熔融塩中のKイオンをイオン交換することにより、表面に化学強化層を形成する。そのため、 Na_2O を必須成分とする。

ガラスIIの好ましい組成範囲として、次の範囲を例示することができる。

【0060】

モル%表示で、 SiO_2 47～70%、 Al_2O_3 1～10%（ただし、 SiO_2 と Al_2O_3 の合計量が57～80%）、 CaO 2～25%、 BaO 1～15%、 Na_2O 1～8%、 K_2O 2～15%、 Li_2O 0～3%（ただし、 Na_2O と K_2O と Li_2O の合計量が3～16%）、 ZrO_2 1～12%、 MgO 0～10%、 SrO 0～15%、 ZnO 0～10%（ただし、 MgO 、 CaO 、 SrO 、 BaO および ZnO の合計量が3～30%）、 TiO_2 0～10%を含み、かつ上記成分の合計含有量が95%以上の組成である。

【0061】

各成分の役割ならびに上記組成範囲の限定理由について詳しく説明するが、ガラスIと共通する点については上記説明内容と同じなので省略する。

BaO は熱膨張の向上に寄与し、耐久性の向上にも効果があるので1%以上導入するのがよい。過剰の導入では逆に耐久性が悪化する傾向がある。また BaO の導入により比重の上昇が大きいため導入量は1～15%の範囲が好ましい。より好ましくは1～14%である。

【0062】

Na_2O 、 K_2O はガラス溶解時の粘性を下げ、溶解を促進するとともに、熱膨張を大きく上昇させる有用な成分である。特に、 Na_2O はイオン交換に利用され、ガラス中のナトリウムイオンはイオン交換により熔融塩中のカリウムイオンと置換されることで強化が行われる。しかし、 Na_2O と K_2O の導入量が合計で16%を超えて多くなると、化学的耐久性が悪化するだけでなく、アルカリがガラス表面に多く析出するようになるため、磁性膜などの情報記録層を侵食するおそれがある。またガラス転移温度が低下し必要な耐熱性が得られなくなる場

合がある。その導入量が合計で3%より少なくなると、良好な化学強化がしにくくなったり、ガラスの溶解性が低下したり、所定の熱膨張特性を得にくくなる。したがって、その合計量は3~16%とするのが好ましく、4~12%とするのがより好ましい。

【0063】

Na_2O はガラス転移温度を低下させずに、化学強化を可能にするための重要な成分である。良好な化学強化を行うためには、その導入量を1%以上にするのが好ましい。また、 Na_2O は熱膨張の上昇に効果が大いだが K_2O ほどではない。またガラス表面への析出の度合も大きいため、その導入量は1~8%が好ましい。より好ましくは1~7%であり、さらに好ましくは1~5%である。

【0064】

Li_2O は熱膨張の上昇とヤング率の上昇に効果が大いだが、ガラス表面への析出の度合が大きく、少量の導入でもガラス転移温度を大きく下げる働きをする。したがって、その導入量は3%以下に抑えることが好ましい。より好ましくは1%以下、さらには、導入しないことが好ましい。

【0065】

なお、他の成分については、上記成分の導入量、高ガラス転移温度の付与、化学強化に対する適性、高温処理後の化学強化層緩和の低減などガラスの諸特性を考慮して適正な組成範囲とした。

【0066】

上記化学強化用ガラス（ガラスII）は上記成分以外に、ガラスの溶解性、清澄性、成形性などを改善するため、 As_2O_3 、 Sb_2O_3 、フッ化物、塩化物、 SO_3 を導入することができる。その導入量は、脱泡剤として用いられる適量の範囲であればよいが、外割の合計量で2重量%以下の割合を目安とする。この中で Sb_2O_3 を導入することがより好ましい。また、環境への影響に配慮すると、 As_2O_3 等のヒ素化合物を用いないことが望ましい。より好ましい脱泡剤の導入は、0~2重量%の Sb_2O_3 のみの導入である。 Sb_2O_3 を導入することが好ましい理由は、上記のとおりである。 Sb_2O_3 の導入量としては、外割で0.1~2重量%がより好ましく、0.1~1重量%がさらに好ましい。

【0067】

上記好ましい組成範囲において各成分のより好ましい範囲を任意に組合せてさらに好ましい組成範囲を選択することが可能であるが、中でも一層好ましい組成範囲は、モル%表示で、 SiO_2 47～70%、 Al_2O_3 1～10%（ただし、 SiO_2 と Al_2O_3 の合計量が57～80%）、 CaO 2～25%、 BaO 1～15%、 Na_2O 1～7%、 K_2O 2～15%（ただし、 Na_2O と K_2O の合計量が3～16%）、 ZrO_2 1～12%、 MgO 0～10%、 SrO 0～15%、 ZnO 0～10%（ただし、 MgO 、 CaO 、 SrO 、 BaO および ZnO の合計量が3～30%）、 TiO_2 0～10%を含み、かつ上記成分の合計含有量が95%以上の組成であり、その中でより好ましい組成範囲は、 Na_2O の含有量が1～5%のものであり、さらに好ましい組成範囲は、 ZrO_2 が1～10%のものである。

【0068】

特に好ましい組成範囲は、 SiO_2 50～67%、 Al_2O_3 2～10%（ただし、 SiO_2 と Al_2O_3 の合計量が57～79%）、 CaO 3～20%、 BaO 1～14%、 MgO 0～10%、 SrO 0～10%、 ZnO 0～8%（ただし、 MgO 、 CaO 、 SrO 、 BaO および ZnO の合計量が3～30%）、 Na_2O 1～5%、 K_2O 4～13%（ただし、 Na_2O および K_2O の合計量が4～12%）、 ZrO_2 1～10%、 TiO_2 0～8%であり、その中でもより一層好ましい組成範囲は、 ZrO_2 の含有量が1～3%である。

【0069】

上記特に好ましい組成範囲において、 MgO 、 CaO 、 SrO 、 BaO および ZnO の合計量を3～25%とすることがさらに好ましい。

なお、希土類元素を含まない態様においては、 SiO_2 、 Al_2O_3 、 CaO 、 BaO 、 MgO 、 SrO 、 ZnO 、 Li_2O 、 Na_2O 、 K_2O 、 ZrO_2 の合計含有量を100%とすることが好ましい。また、この組成に上記胞泡剤を添加してもよい。アルカリ溶出量を抑えつつ、優れた溶解性、耐熱性を得る上から、アルカリ金属酸化物を Na_2O と K_2O に限定することが望ましい。さらに好

ましい組成は、 SiO_2 、 Al_2O_3 、 CaO 、 BaO 、 Na_2O 、 K_2O 、 ZrO_2 の合計含有量が100%のものである。上記各組成範囲に上記胞泡剤を添加してもよい。添加する脱泡剤としては Sb_2O_3 が特に好ましく、その導入量は外割で0～2重量%の範囲とするのがさらに好ましく、0.1～2重量%とするのがより一層好ましく、0.1～1重量%が特に好ましい。

【0070】

希土類元素を含む態様においては、 SiO_2 、 Al_2O_3 、 CaO 、 BaO 、 MgO 、 SrO 、 ZnO 、 Li_2O 、 Na_2O 、 K_2O 、 ZrO_2 、 TiO_2 、 B_2O_3 、希土類元素酸化物の合計含有量を100%とすることが好ましい。中でも希土類元素酸化物の合計含有量を5%以下に抑えることが好ましい。

【0071】

ガラスIIにおいても TiO_2 を含まないものが、基板を水に浸漬させた時の微小突起発生を防止する上から好ましい。

なお、ガラスIIも溶解性は優れており、ガラス中に未溶解物は認められず、また結晶粒子も認められない。

【0072】

本発明のガラス基板は、上記高耐熱性と高耐酸性に加え、情報記録媒体用基板として好ましい熱膨張特性すなわち100～300℃における平均線熱膨張係数(α)が $70 \times 10^{-7}/^\circ\text{C}$ 以上という特性を兼ね備えることが好ましく、 $80 \times 10^{-7}/^\circ\text{C}$ 以上という特性を兼ね備えることがより好ましい。該平均線熱膨張係数(α)の上限は、通常 $120 \times 10^{-7}/^\circ\text{C}$ 程度である。

【0073】

さらに比重が3.5以下のものが好ましい。比重3.5以下の基板を用いることにより、情報記録媒体の回転時のトルクを低減することができる。比重3.2以下がより好ましい。また、情報記録媒体を高速回転させた際に高い安定性を得る上から高剛性を備えるもの、すなわちヤング率が72GPa以上のものが好ましい。

【0074】

ガラスIからなる基板、ガラスIIからなる基板は、優れた溶解性を付与するた

めに、アルカリ金属酸化物を含有するが、一方アルカリ溶出量は極めて少ない。このアルカリ溶出量は、温度 80℃ に保持された水中に 24 時間浸漬した際の単位面積当りの溶出量で示されるが、その値は、通常 $0.2 \mu\text{mol}/\text{cm}^2$ 以下 ($0.2 \times 10^{-6} \text{mol}/\text{cm}^2$ 以下) である。以上のような特性がいまって高記録密度化に適した情報記録媒体用基板が得られる。なお、前記アルカリ溶出量が $0.2 \mu\text{mol}/\text{cm}^2$ より大きいと、基板の洗浄工程などにおいてガラス中のアルカリ金属が溶出して基板表面が荒れることにより、研磨加工によって仕上げられた基板表面の平滑性が損なわれるおそれがある。また、情報記録層を形成した後、基板から析出するアルカリ金属によって情報記録層が侵蝕されやすい問題も生じる。好ましいアルカリ溶出量は $0.1 \mu\text{mol}/\text{cm}^2$ 以下、より好ましくは $0.05 \mu\text{mol}/\text{cm}^2$ 以下である。

【0075】

なお、前記アルカリ溶出量は、以下に示す測定方法により求めた値である。

〈アルカリ金属イオンの溶出量（アルカリ溶出量）の測定方法〉

清浄な表面を有するガラス試料を密閉可能な容器に入れて秤量し、この質量を質量 A とする。次に容器中にガラス試料が完全に浸漬するように 70～75℃ の超純水を約 20 ml 添加し、密閉した状態で容器内の温度が 80℃ に保たれる状態で 24 時間放置する。その後、密閉状態の容器を秤量し、この質量を質量 B とする。その後、ガラス試料を取り出す。ガラス試料を浸漬していた水の質量は質量 B から質量 A を差し引いたものである。次いで、ガラス試料を浸漬していた水に溶出したアルカリ金属元素の濃度を ICP-AES（バリアン製 ICP 発光分光分析装置「VISTA AX」）を使用して測定する。アルカリ金属元素の濃度と水の質量をもとに溶出したアルカリ金属元素の量を算出し、この値（モル表示）をガラス試料の表面積で割ればアルカリの溶出量が求まる。なお、測定に当たり、ガラス試料を浸漬する水の純度、容器の洗浄性、容器から水への溶出など、測定精度低下の要因になる点に対し十分注意を払う必要がある。ガラス中に含まれるアルカリ金属元素が複数種ある場合には、それぞれのアルカリ金属イオンの濃度から浸漬した水に含まれる各アルカリ金属イオンの量（モル表示）を測定、算出し、その合計量をガラス試料の表面積で割った値をアルカリ金属イオンの

溶出量とする。

【0076】

次に情報記録媒体用基板の製造方法について説明する。この製造方法は適宜公知の方法を用いることができる。例えば、高温熔融法すなわち所定の割合のガラス原料を空気中か不活性ガス雰囲気中で溶解し、バブリングや攪拌などによってガラスの均質化を行い、周知のプレス法、ダウンドロー法またはフロート法により板ガラスに成形され、その後、円形加工、芯抜き、内外円周面加工、研削、研磨などが施され、所望のサイズ、形状の情報記録媒体用基板とされる。なお、研磨では研磨材やダイヤモンドペレットによりラッピングおよび酸化セリウムなどの研磨材によるポリシング加工を行うことで、基板表面の平坦化および平滑化を行い、表面精度を例えば0.1～0.6 nmの範囲にする。加工後、酸を洗浄液として用いて基板表面の洗浄を行い、表面に付着した研磨砥粒や研磨により除去された微小なガラス屑などの汚れを除去する。その際、ガラスが良好な耐酸性を備えているので、酸洗浄により、基板表面の平坦性および平滑性を損なうことはない。

【0077】

なお、酸洗浄に使用する洗浄液としては、ケイフッ酸水溶液が好ましい。ケイフッ酸水溶液の温度や濃度は基板表面の状態を考慮しながら適宜設定すればよい。溶液の濃度としては、前記耐酸性の指標を評価する際に使用したケイフッ酸水溶液を10倍程度に希釈したものを目安にすればよい。また、この酸洗浄に加え、アルカリ溶液や有機溶剤などによる洗浄を併用してもよい。

【0078】

本発明のアルカリ溶出量が極めて低レベルの好ましい基板によれば、基板表面の平滑性、洗浄性の面から見て、より良好な洗浄が可能である。また、洗浄後の基板を大気中に曝してもアルカリ溶出による表面荒れは生じない。この基板を例えば、磁気記録媒体用基板として使用することにより、好適な垂直記録方式の磁気記録媒体を提供することができ、従来の長手磁気記録方式の磁気記録媒体の面記録密度100 Gbit/(2.5 cm)²よりも高記録密度(例えば1 Tbit/(2.5 cm)²)の磁気記録媒体を提供する道が開かれることになる。

【0079】

次に、本発明の情報記録媒体およびその製造方法について説明する。

本発明の情報記録媒体は、前述の情報記録媒体用基板上に情報記録層を有するものである。前述のガラス基板を用いて磁気ディスクなどの情報記録媒体を作製するには、ガラス基板の上に順次、下地層、磁性層、保護層、潤滑層などを設ければよい。磁性層（情報記録層）としては特に限定されないが、例えば、Co-Cr系、Co-Cr-Pt系、Co-Ni-Cr系、Co-Ni-Pt系、Co-Ni-Cr-Pt系、およびCo-Cr-Ta系などの磁性層が好ましい。下地層としてはNi層、Ni-P層、Cr層などを採用できる。保護層としては、カーボン膜などが使用でき、潤滑層を形成するためにはパーフルオロポリエーテル系などの潤滑材を使用することができる。

【0080】

本発明の情報記録媒体用基板は特に、垂直磁気記録方式の磁気記録媒体に好適である。垂直磁気記録方式の磁気記録媒体における膜構成は、非磁性基板上に垂直磁気記録層を形成した単層膜、軟磁性層と磁気記録層を順次に積層した二層膜、および硬磁性層、軟磁性層および磁気記録層を順次に積層した三層膜などを好適なものとして例示できる。その中で二層膜と三層膜は単層膜よりも高記録密度化および磁気モーメントの安定維持に適しているのが好ましい。

【0081】

このような多層磁性膜垂直磁気記録媒体の特性を向上させるため、高温スパッタリング装置での成膜や成膜後の400～600℃での高温熱処理（アニール処理）が必要である。本発明の情報記録媒体用基板はガラス転移温度（T_g）が620℃以上のガラスからなるので、上記高温熱処理によっても基板が変形することなく優れた平坦性を保つことが可能である。また、基板のアルカリ溶出量が小さいので情報記録層などの成膜後も基板からのアルカリ金属析出によって基板上に形成された膜が侵蝕されるのを防止することができる。

【0082】

【実施例】

次に、本発明を実施例により、さらに詳細に説明するが、本発明は、これらの

例によってなんら限定されるものではない。

実施例 1～4

表 1 に示す組成のガラスが得られるように、出発原料として SiO_2 、 Al_2O_3 、 $\text{Al}(\text{OH})_3$ 、 MgO 、 CaCO_3 、 BaCO_3 、 Na_2CO_3 、 K_2CO_3 、 TiO_2 、 ZrO_2 などを用いて 300～1500 g 秤量し、十分に混合して調合バッチと成し、これを白金坩堝に入れ、1400～1600℃の温度で空気中約 3～8 時間ガラスの溶解を行った。溶解後、ガラス融液を 40×40×20 mm カーボン金型に流し、ガラスの転移点温度まで放冷してから直ちにアニール炉にいれ、一時間保持した後、炉内で室温まで放冷した。得られたガラスは顕微鏡で観察できるほどの結晶が析出しなかった。また、得られたガラスは均質性が高く、未溶解物も認められず、高い溶解性を確認することができた。

【0083】

このようにして得られたガラスを、40×20×15 mm、5φ×20 mm、30×30×2 mm、40 mm×10 mm×1 mm に加工して、各物性評価用の試料を作製し、下記に示す方法に従って、各物性を測定した。結果を表 1 に示す。なお、実施例 1～4 に Sb_2O_3 を外割で 0.5 重量% 添加したものでも同様の特性が得られた。この Sb_2O_3 を添加したガラスを顕微鏡で観察したところ、気泡は皆無であった。

(1) ガラス転移温度 (T_g)

5φ×20 mm の試料について、リガク社製の熱機械分析装置 (TMA 8140) を用いて +4℃/分の昇温速度で測定した。なお、標準試料としては SiO_2 を用いた。

(2) ケイフッ酸水溶液に対するエッチング速度

1. 72 重量% のケイフッ酸水溶液を準備し、この溶液の温度を 45℃ に保つ。そして、研磨加工が施されたガラスを 28 KHz の超音波浴中でこの溶液に浸漬し、研磨加工が施された面におけるエッチング速度を求める。

(2) 平均線熱膨張係数

30～300℃ における平均線熱膨張係数および 100～300℃ における平均線熱膨張係数であり、ガラス転移温度の測定時に一緒に測定した。

(3) ヤング率、剛性率、ポアソン比

40×20×15 mmの試料について、超音波法により測定した。

(4) 比重

40×20×15 mmの試料について、アルキメデス法により測定した。

(5) 液相温度

40×20×15 mmの試料を1050℃に保持された炉内に15時間放置した後、試料中の結晶粒子の有無を確認した。結晶粒子が認められない場合は、液相温度が1050℃以下とした。

(6) 曲げ強度

40 mm×10 mm×1 mmの薄板状試料を用い、30 mmスパン加重速度0.5 mm/秒の3点曲げ試験により求めた。なお、試料表面には研磨を施こしてある。40 mm×1 mmの長側面には、2面とも丸め研磨を行った。

(7) アルカリ溶出量

エタノール浴にて超音波洗浄処理した30×30×2 mmの試料を、予め酸洗浄されたポリプロピレン製容器に入れ、明細書本文記載の方法に従って測定した。

【0084】

なお、実施例1～3は化学強化されたガラスに関し、実施例4は化学強化層を備えないガラスに関するものである。

実施例1～3の化学強化されたガラスは、所定形状のガラスの表面を研磨し、洗浄してから、420℃の硝酸カリウム熔融塩に4時間浸漬した後、水洗することにより、化学強化されたものである。

【0085】

【表 1】

表 1

		実施例 1	実施例 2	実施例 3	実施例 4
ガラス組成 (モル%)	SiO ₂	65.0	65.0	63.0	63.0
	Al ₂ O ₃	5.0	5.0	4.0	3.0
	(SiO ₂ +Al ₂ O ₃)	(70.0)	(70.0)	(67.0)	(66.0)
	MgO	0.0	0.0	0.0	0.0
	CaO	13.0	13.0	13.0	14.0
	SrO	0.0	0.0	0.0	0.0
	BaO	3.0	3.0	3.0	3.0
	ZnO	0.0	0.0	0.0	0.0
	(MgO+CaO+SrO+BaO+ZnO)	(16.0)	(16.0)	(16.0)	(17.0)
	Na ₂ O	4.0	5.0	4.0	0.0
	K ₂ O	6.0	5.0	5.0	9.0
	Li ₂ O	0.0	0.0	0.0	0.0
	(Li ₂ O+Na ₂ O+K ₂ O)	(10.0)	(10.0)	(9.0)	(9.0)
	ZrO ₂	4.0	4.0	4.0	4.0
	TiO ₂	0.0	0.0	4.0	4.0
	合計	100.0	100.0	100.0	100.0
物性	ガラス転移温度 (°C)	665	658	669	702
	エッチング速度 (μm/分)	0.035	0.031	0.030	0.031
	平均線膨張係数 1 (×10 ⁻⁷ /K)	79.7	79.2	79.5	81.1
	平均線膨張係数 2 (×10 ⁻⁷ /K)	83.0	83.1	83.3	84.1
	ヤング率 (GPa)	80.0	80.9	82.7	78.2
	剛性率 (GPa)	32.4	32.7	33.4	31.5
	比重	2.74	2.74	2.79	2.78
	比弾性率	29.2	29.5	29.6	28.1
	ポアソン比	0.24	0.24	0.24	0.24
	液相温度 (°C)	1050 以下	1050 以下	1050 以下	1050 以下
	曲げ強度 1 (MPa)	127	127	118	127
	曲げ強度 2 (MPa)	294	294	363	—
	曲げ強度 3 (MPa)	206	206	245	—
	イオン交換温度 (°C)	420	420	420	—
	イオン交換時間 (時間)	3	3	3	—
	アルカリ溶出量 (μmol/cm ²)	0.011	0.016	0.014	0.015

(注 1) 平均線膨張係数 1 は、30～300℃における平均線膨張係数であり、
平均線膨張係数 2 は、100～300℃における平均線膨張係数である。

(注 2) 曲げ強度 1 は化学強化なしの場合、曲げ強度 2 は化学強化ありの場合、
曲げ強度 3 は化学強化したものを 570℃で 2 時間加熱した場合の各曲
げ強度である。

表 1 から明らかなように、実施例 1～4 に示したガラスの転移温度は 620℃
以上と高く、所定濃度、温度のケイフッ酸水溶液に対するエッチング速度も 0.
1 μm/分以下と良好な耐酸性を示している。

【0086】

さらに、100～300℃における平均線熱膨張係数は $70 \times 10^{-7} / ^\circ\text{C}$ 以上、アルカリ溶出量も $0.2 \mu\text{mol} / \text{cm}^2$ 以下であった。さらにヤング率も72 GPa以上と高い剛性が得られている。

【0087】

以上のように各実施例のガラスの特性を測定した後、実施例1～4の各ガラスが得られる均質化されたガラス融液をプレス成形型へ供給し、ディスク状のガラスをプレス成形した。なお、プレス成形以外で、例えば、フロート成形法と呼ばれる方法を使って、ガラスディスクを成形してもよいが、 Sb_2O_3 を添加したガラスではアンチモンとフロート成形に使用する溶融金属とが反応するため、フロート成形は行わないことが望まれる。成形されたガラスディスクを徐冷した後、表面にラッピング加工を施すとともに、中心孔や外径、端面などの加工を施した。次いで、主表面にさらにラッピング加工を施した後、研磨加工を施して平坦かつ平滑な面に仕上げた。このようにして得られた情報記録媒体用基板はケイフッ酸水溶液を洗浄液に用いて洗浄されるが、基板を構成するガラスの耐酸性が極めて優れているので洗浄時における基板の表面荒れを抑えつつ、良好な洗浄を行うことができた。洗浄後の各ガラス基板の主表面の中心線平均粗さ R_a は0.1～0.6 nmであった。

【0088】

実施例1～3のガラスからは硝酸カリウムを含む溶融塩に浸漬して化学強化を行い化学強化層を有する基板を得た。これらの基板の化学強化前後におけるエッチング速度を測定したところ、(化学強化前後のエッチング速度の差) / (化学強化前のエッチング速度)の絶対値は、0.05以下であった。

【0089】

ケイフッ酸水溶液などの酸を用いる洗浄は基板の化学強化前に行ってもよいし、化学強化後に行ってもよいし、化学強化の前後で行ってもよい。(化学強化前後のエッチング速度の差) / (化学強化前のエッチング速度)の絶対値が小さいガラスを使用した基板では、化学強化の前後に限らず良好な酸洗浄が可能である。また、実施例4のガラスからは、化学強化層が存在しない基板を得た。さらに

、 Sb_2O_3 を添加したガラスを用いて同様の基板を得た。

【0090】

なお、ガラス基板の中心線平均粗さ R_a は、原子間力顕微鏡（AFM）にて測定した。

次に洗浄、乾燥したガラス基板を用いて垂直記録方式の磁気ディスクを作製した。

【0091】

磁気記録層の形成において、軟磁性層と磁気記録層を順次に積層した二層膜、および硬磁性層、軟磁性層および磁気記録層を順次に積層した三層膜の2つのタイプの垂直記録方式の磁気ディスクを作製した。この工程中、磁気記録膜を $400\sim 600^\circ\text{C}$ において高温熱処理したが、いずれの基板もガラス転移温度（ T_g ）が 620°C 以上の高耐熱性を有しているので、基板は変形せず高い平坦性を保っていた。

【0092】

このように、本発明のガラス基板はガラス転移温度が高いので、磁気記録媒体特性向上のための高温処理、高温スパッタリング装置での磁気膜作製に適している。また、アルカリ金属を含むガラス基板を用いたにもかかわらず、情報記録層の形成後も、基板中からのアルカリ析出による悪影響は見られなかった。

【0093】

以上のように、本発明によれば、高耐熱性、高耐酸性を備えた基板を得ることができ、この基板を用いることで、清浄で平坦、平滑な基板表面に情報記録層が備わった構造とすることができ、高記録密度と高い信頼性を兼備する情報記録媒体を提供することができる。

【0094】

なお、上記実施例では磁気記録媒体を例に説明したが、その他の情報記録媒体用基板ならびに情報記録媒体、例えば、光記録方式や光磁気記録方式のものでも同様に良好な結果を得ることができる。

【0095】

【発明の効果】

本発明の情報記録媒体用基板によれば、所定温度、濃度のケイフッ酸水溶液に対するエッチング速度が $0.1\mu\text{m}/\text{分}$ 以下と極めて少ないので、情報記録層形成時の高温熱処理時の基板変形を抑制し、基板の平坦・平滑性を維持しつつ、清浄な基板表面を実現することができるとともに、ガラス転移温度 (T_g) が 620°C 以上なので、情報記録層形成時の高温熱処理時の基板変形を抑制して、より高記録密度の情報記録媒体の提供を可能にする。

【0096】

また、本発明の情報記録媒体用基板は、垂直記録方式の磁気記録媒体等に特に好適に用いることができる。

本発明の情報記録媒体用基板は、高耐熱性および高耐酸性などを有しており、この基板上に情報記録層を設けることにより、高記録密度と高い信頼性を有する情報記録媒体を提供することができる。

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 高耐熱性および高耐酸性などを備えた情報記録媒体用基板、および該基板を用いた信頼性の高い情報記録媒体を提供する。

【解決手段】 ガラス転移温度 (T_g) が 620°C 以上であり、かつ温度 45°C に保持された濃度 1.72 重量%のケイフッ酸水溶液に対するエッチング速度が $0.1\mu\text{m}/\text{分}$ 以下のガラスからなる情報記録媒体用基板、および該情報記録媒体用基板上に、情報記録層を有する情報記録媒体である。

【選択図】 なし

特願 2002-323275

出願人履歴情報

識別番号

[000113263]

1. 変更年月日

1990年 8月16日

[変更理由]

新規登録

住 所

東京都新宿区中落合2丁目7番5号

氏 名

ホーヤ株式会社

2. 変更年月日

2002年12月10日

[変更理由]

名称変更

住 所

東京都新宿区中落合2丁目7番5号

氏 名

HOYA株式会社

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☒ FADED TEXT OR DRAWING
- ☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.